

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



684.3253

BEST AVAILABLE COPY

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:

Akira Tsuboyama et al.

Application No.: 09/961,150

Filed: September 24, 2001

For: LUMINESCENCE DEVICE AND
METAL COORDINATION
COMPOUND THEREFOR

Examiner: N.Y.A.

Group Art Unit 1775

RECEIVED

NOV 16 2001

TC 1700

November 13, 2001

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

CLAIM TO PRIORITY

Sir:

Applicants hereby claim priority under the International Convention and all rights to which they are entitled under 35 U.S.C. § 119 based upon the following Japanese Priority Applications:

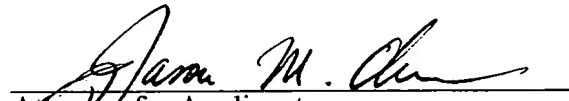
2000-292491, filed September 26, 2000

2001-284601, filed September 19, 2001

Certified copies of the priority documents are enclosed.

Applicants' undersigned attorney may be reached in our New York office by telephone at (212) 218-2100. All correspondence should continue to be directed to our address given below.

Respectfully submitted,


Attorney for Applicants
Registration No. 48,512

FITZPATRICK, CELLA, HARPER & SCINTO
30 Rockefeller Plaza
New York, New York 10112-3801
Facsimile: (212) 218-2200

NY_MAIN 216503 v 1

CFE325345 (3/2)
284601/2001



日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 9月19日

出願番号

Application Number:

特願2001-284601

出願人

Applicant(s):

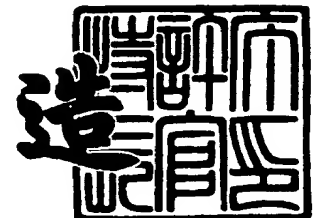
キヤノン株式会社

RECEIVED
NOV 16 2001
TC 1700

2001年10月19日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3092042

【書類名】 特許願

【整理番号】 4557003

【提出日】 平成13年 9月19日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H05B 33/00

【発明の名称】 発光素子及び発光素子用金属配位化合物

【請求項の数】 11

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 坪山 明

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 岡田 伸二郎

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 滝口 隆雄

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 森山 孝志

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 鎌谷 淳

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社

社内

【氏名】 水谷 英正

【特許出願人】

【識別番号】 000001007

【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100096828

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡辺 敬介

【電話番号】 03-3501-2138

【選任した代理人】

【識別番号】 100059410

【弁理士】

【氏名又は名称】 豊田 善雄

【電話番号】 03-3501-2138

【選任した代理人】

【識別番号】 100110870

【弁理士】

【氏名又は名称】 山口 芳広

【電話番号】 03-3501-2138

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-292491

【出願日】 平成12年 9月26日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004938

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0101029

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 発光素子及び発光素子用金属配位化合物

【特許請求の範囲】

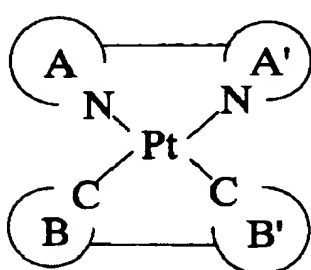
【請求項 1】 下記一般式（1）で示される部分構造を有する金属配位化合物を含む有機化合物層を有することを特徴とする発光素子。

【化 1】

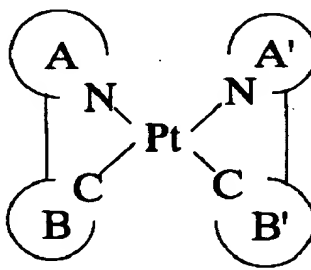


【請求項 2】 前記金属配位化合物が、下記構造式（1-1）～（1-6）のいずれかであることを特徴とする請求項 1 に記載の発光素子。

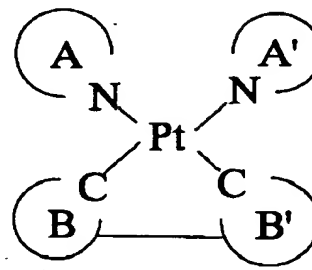
【化 2】



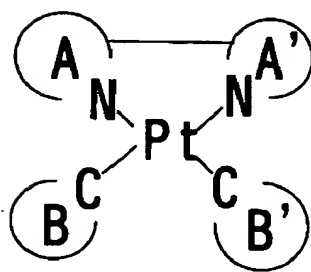
(1-1)



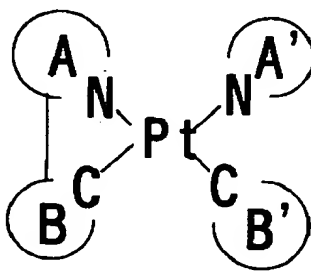
(1-2)



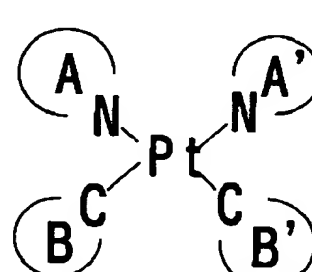
(1-3)



(1-4)



(1-5)



(1-6)

（但し、NとCは、Ptに結合した窒素及び炭素原子であり、A、A' はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい窒素原子を含む環状基を示し、B、

B' はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい炭素原子を含む環状基を示す。〔該置換基はハロゲン原子、ニトロ基、トリアルキルシリル基（該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数 1 から 8 の直鎖状または分岐状のアルキル基である。）、炭素原子数 1 から 2 0 の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の 1 つもしくは隣接しない 2 つ以上のメチレン基は $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-CO-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-CH=CH-$ 、 $-C\equiv C-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。〕}

【請求項 3】 前記金属配位化合物が、前記構造式（1-1）または（1-2）であることを特徴とする請求項 2 に記載の発光素子。

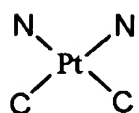
【請求項 4】 前記構造式（1-1）～（1-6）の白金原子に結合した窒素原子を含む環状基 A，A' の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたピリジン、ピリミジン、ピラゾリン、ピロール、ピラゾール、キノリン、イソキノリン、キノキサリンのいずれかであることを特徴とする請求項 2 または 3 に記載の発光素子。

【請求項 5】 前記構造式（1-1）～（1-6）の白金原子に結合した炭素原子を含む環状基 B，B' の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたフェニル、ナフチル、チエニル、ベンゾチエニル、キノリルのいずれかであることを特徴とする請求項 2 ～ 4 のいずれかに記載の発光素子。

【請求項 6】 前記金属配位化合物を含む有機化合物層が、対向する 2 つの電極に挟持され、該電極間に電圧を印加することにより発光する電界発光素子であることを特徴とする請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の発光素子。

【請求項 7】 発光素子用金属配位化合物であって、下記一般式（1）で示される部分構造を有することを特徴とする発光素子用金属配位化合物。

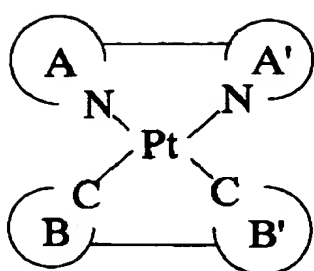
【化 3】



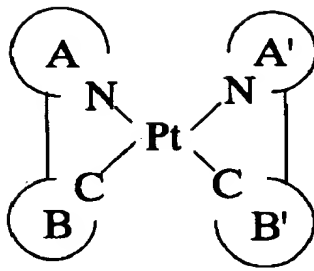
(1)

【請求項 8】 前記金属配位化合物が、下記構造式（1-1）～（1-6）のいずれかであることを特徴とする請求項 7 に記載の発光素子用金属配位化合物

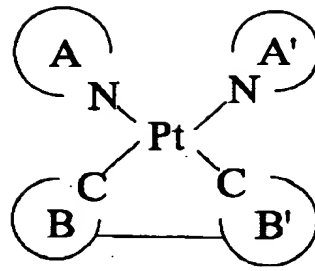
【化 4】



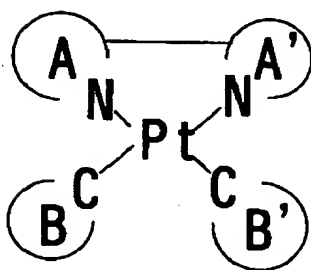
(1-1)



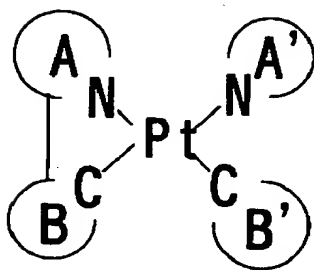
(1-2)



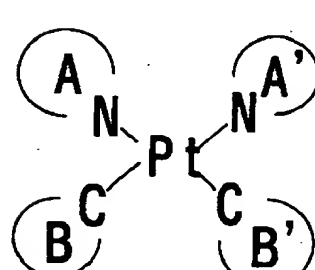
(1-3)



(1-4)



(1-5)



(1-6)

〔但し、NとCは、Ptに結合した窒素及び炭素原子であり、A、A'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい窒素原子を含む環状基を示し、B、B'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい炭素原子を含む環状基を示す。〔該置換基はハロゲン原子、ニトロ基、トリアルキルシリル基（該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基である。）、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。〕〕

【請求項9】 前記金属配位化合物が、前記構造式（1-1）または（1-

2)であることを特徴とする請求項8に記載の発光素子用金属配位化合物。

【請求項10】 前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した窒素原子を含む環状基A, A'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたピリジン、ピリミジン、ピラゾリン、ピロール、ピラゾール、キノリン、イソキノリン、キノキサリンのいずれかであることを特徴とする請求項8または9に記載の発光素子用金属配位化合物。

【請求項11】 前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した炭素原子を含む環状基B, B'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたフェニル、ナフチル、チエニル、ベンゾチエニル、キノリルのいずれかであることを特徴とする請求項8～10のいずれかに記載の発光素子用金属配位化合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機化合物を用いた発光素子及び発光素子用金属配位化合物に関するものであり、さらに詳しくは白金が中心金属である金属配位化合物を発光材料として用いることで安定した効率の高い発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

有機EL(エレクトロルミネッセンス)素子は、高速応答性や高効率の発光素子として、応用研究が精力的に行われている。その基本的な構成図1(a)・(b)に示した[例えばMacromol. Symp. 125, 1～48(1997)参照]。

【0003】

図1に示したように、一般に有機EL素子は透明基板15上に透明電極14と金属電極11の間に複数層の有機膜層から構成される。

【0004】

図1(a)では、有機層が発光層12とホール輸送層13からなる。透明電極14としては、仕事関数が大きなITOなどが用いられ、透明電極14からホール輸送層13への良好なホール注入特性を持たせている。金属電極11としては

、アルミニウム、マグネシウムあるいはそれらを用いた合金などの仕事関数の小さな金属材料を用い有機層への良好な電子注入性を持たせる。これら電極には、50～200nmの膜厚が用いられる。

【0005】

発光層12には、電子輸送性と発光特性を有するアルミキノリノール錯体など（代表例は、以下に示すAlq3）が用いられる。また、ホール輸送層13には、例えばトリフェニルジアミン誘導体（代表例は、以下に示す α -NPD）など電子供与性を有する材料が用いられる。

【0006】

以上の構成した素子は整流性を示し、金属電極11を陰極に透明電極14を陽極になるように電界を印加すると、金属電極11から電子が発光層12に注入され、透明電極15からはホールが注入される。

【0007】

注入されたホールと電子は発光層12内で再結合により励起子が生じ発光する。この時ホール輸送層13は電子のブロッキング層の役割を果たし、発光層12／ホール輸送層13界面の再結合効率が上がり、発光効率が上がる。

【0008】

さらに、図1（b）では、図1（a）の金属電極11と発光層12の間に、電子輸送層16が設けられている。発光と電子・ホール輸送を分離して、より効果的なキャリアブロッキング構成にすることで、効率的な発光を行うことができる。電子輸送層16としては、例えば、オキサジアゾール誘導体などを用いることができる。

【0009】

これまで、一般に有機EL素子に用いられている発光は、発光中心の分子の一重項励起子から基底状態になるときの蛍光が取り出されている。一方、一重項励起子を經由した蛍光発光を利用するのではなく、三重項励起子を經由したりん光発光を利用する素子の検討がなされている。発表されている代表的な文献は、文献1：Improved energy transfer in electrophosphorescent device (D. F. O'Brienら、

Applied Physics Letters Vol 74, No3 p 422 (1999))、文献2: Very high-efficiency green organic light-emitting devices basd on electrophosphorescence (M. A. Baldoら、Applied Physics Letters Vol 75, No1 p4 (1999))である。

【0010】

これらの文献では、図1(c)に示す有機層が4層構成が主に用いられている。それは、陽極側からホール輸送層13、発光層12、励起子拡散防止層17、電子輸送層16からなる。用いられている材料は、以下に示すキャリア輸送材料とりん光発光性材料である。各材料の略称は以下の通りである。

Alq3: アルミーキノリノール錯体

α -NPD: N4, N4'-Di-naphthalen-1-yl-N4, N4'-diphenyl-biphenyl-4, 4'-diamine

CBP: 4, 4'-N, N'-dicarbazole-biphenyl

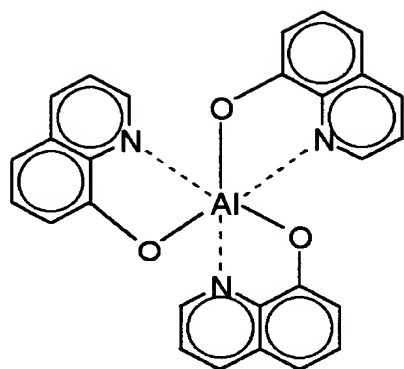
BCP: 2, 9-dimethyl-4, 7-diphenyl-1, 10-phenanthroline

PtOEP: 白金-オクタエチルポルフィリン錯体

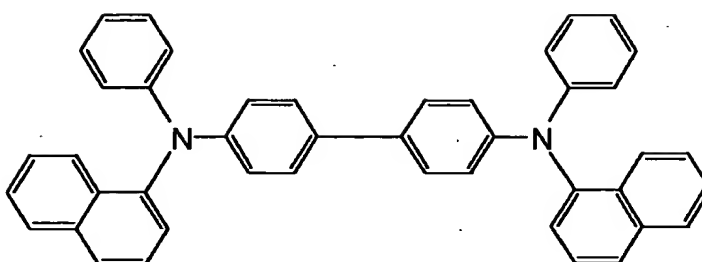
Ir(ppy)₃: イリジウム-フェニルピリジン錯体

【0011】

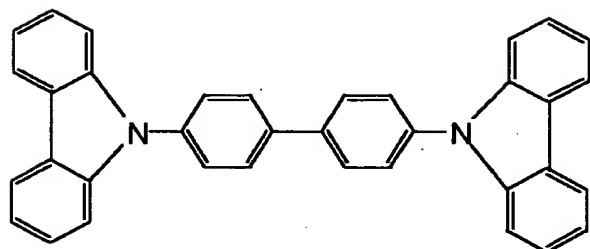
【化 5】



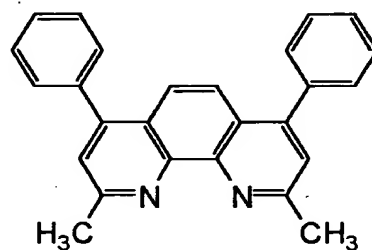
Alq3



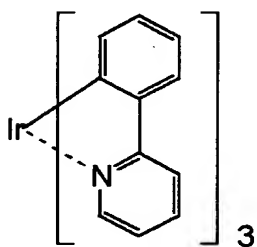
α -NPD



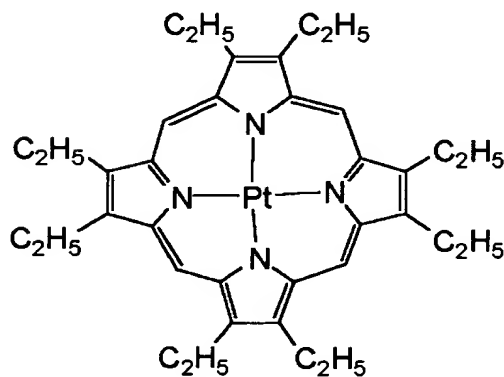
CBP



BCP



Ir(ppy)₃



PtOEP

【0012】

文献 1, 2とも高効率を得られたのは、ホール輸送層 13に α -NPD、電子輸送層 16にAlq3、励起子拡散防止層 17にBCP、発光層 12にCBPをホスト材料として、6%程度の濃度で、りん光発光性材料であるPtOEPまたはIr(ppy)₃を混入して構成したものである。

【0013】

りん光性発光材料が特に注目されている理由は、原理的に高発光効率が期待で

きるからである。その理由は、キャリア再結合により生成される励起子は1重項励起子と3重項励起子からなり、その確率は1:3である。これまでの有機EL素子は、1重項励起子から基底状態に遷移する際の蛍光を発光として取り出していたが、原理的にその発光効率は生成された励起子数に対して、25%でありこれが原理的上限であった。しかし、3重項から発生する励起子からのりん光を用いれば、原理的に少なくとも3倍の効率が期待され、さらに、エネルギー的に高い1重項からの3重項への項間交差による転移を考え合わせれば、原理的には4倍の100%の発光効率が期待できる。

【0014】

他に、三重項からの発光を要した文献には、特開平11-329739号公報（有機EL素子及びその製造方法）、特開平11-256148号公報（発光材料およびこれを用いた有機EL素子）、特開平8-319482号公報（有機エレクトロルミネッセント素子）等がある。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

上記、りん光発光を用いた有機EL素子では、特に通電状態の発光劣化が問題となる。りん光発光素子の発光劣化の原因は明らかではないが、一般に3重項寿命が1重項寿命より、3桁以上長いために、分子がエネルギーの高い状態に長く置かれるため、周辺物質との反応、励起多量体（エキサイプレックスあるいはエキシマー）の形成、分子微細構造の変化、周辺物質の構造変化などが起こるのではないかと考えられている。

【0016】

いずれにしても、りん光発光素子は、高発光効率が期待されるが一方で通電劣化が問題となる。

【0017】

そこで、本発明は、高効率発光で、長い期間高輝度を保ち、通電劣化が小さい発光素子及び発光素子用金属配位化合物を提供することを目的とする。

【0018】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の発光素子は、下記一般式（１）で示される部分構造を有する金属配位化合物を含む有機化合物層を有するものを提供する。

【 0 0 1 9 】

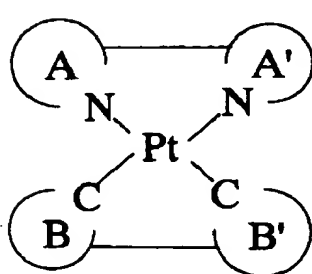
【化 6】



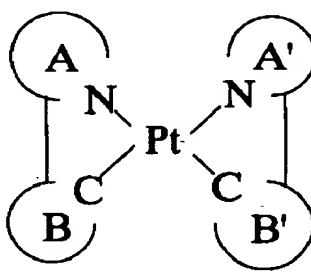
本発明の発光素子は、前記金属配位化合物が、下記構造式（１－１）～（１－６）のいずれか、より好ましくは（１－１）または（１－２）であることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

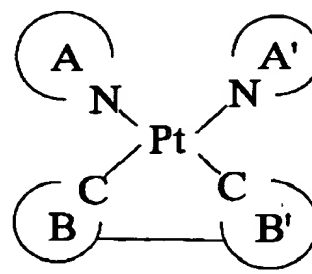
【化 7】



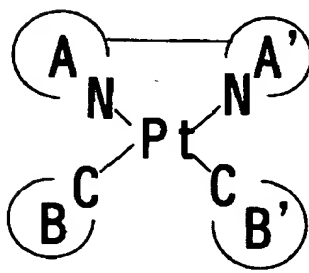
(1-1)



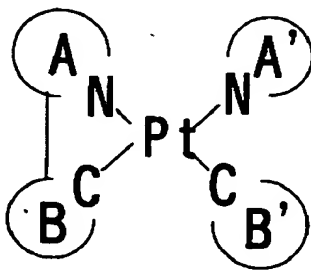
(1-2)



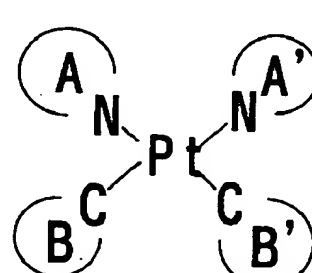
(1-3)



(1-4)



(1-5)



(1-6)

【 0 0 2 2 】

{但し、NとCは、Ptに結合した窒素及び炭素原子であり、A、A'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい窒素原子を含む環状基を示し、B、B'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい炭素原子を含む環状基を示す。[該置換基はハロゲン原子、ニトロ基、トリアルキルシリル基（該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基である。）、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。]}

【0023】

また、前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した窒素原子を含む環状基A、A'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたピリジン、ピリミジン、ピラゾリン、ピロール、ピラゾール、キノリン、イソキノリン、キノキサリンのいずれかであること、前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した炭素原子を含む環状基B、B'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたフェニル、ナフチル、チエニル、ベンゾチエニル、キノリルのいずれかであることが好ましい。

【0024】

更に、前記金属配位化合物を含む有機化合物層が、対向する2つの電極に挟持され、該電極間に圧を印加することにより発光する電界発光素子であることが好ましい。

【0025】

また、本発明は、上記一般式(1)で示される部分構造を有する発光素子用金属配位化合物を提供する。

【0026】

【発明の実施の形態】

発光層が、キャリア輸送性のホスト材料とりん光発光性のゲストからなる場合、3重項励起子からのりん光発光にいたる主な過程は、以下のいくつかの過程か

らなる。

1. 発光層内での電子・ホール輸送
2. ホストの励起子生成
3. ホスト分子間の励起エネルギー伝達
4. ホストからゲストへの励起エネルギー移動
5. ゲストの三重項励起子生成
6. ゲストの三重項励起子→基底状態時のりん光発光

【0027】

それぞれの過程における所望のエネルギー移動や、発光はさまざまな失活過程と競争でおこる。

【0028】

EL素子の発光効率を高めるためには、発光中心材料そのものの発光量子収率が大きいことは言うまでもない。しかしながら、ホストーホスト間、あるいはホストーゲスト間のエネルギー移動が如何に効率的にできるかも大きな問題となる。また、通電による発光劣化は今のところ原因は明らかではないが、少なくとも発光中心材料そのもの、または、その周辺分子による発光材料の環境変化に関連したものと想定される。

【0029】

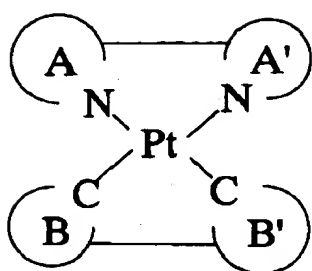
この理由から、本発明者らは、発光中心材料を前記一般式(1)で示される部分構造を有する白金錯体にするこの効果を調べ、高効率発光で、長い期間高輝度を保つ(通電劣化が小さい)ことを見出した。求める性能によって値は異なる話ではあるが、例えば、入力電流値に対する発光効率が1cd/W以上を高効率といたり、また初期輝度100cd/m²で発光させた場合の輝度半減期間が500時間以上を高輝度期間が長いといたり、通電劣化が小さいという。

【0030】

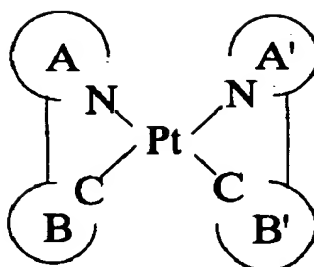
前記一般式(1)で示される部分構造を有する金属配位化合物は、好ましくは下記構造式(1-1)～(1-6)のいずれか、より好ましくは(1-1)または(1-2)である。(1-1)(1-2)は高効率発光で、長い期間高輝度を保ち通電劣化が小さかった。

【0031】

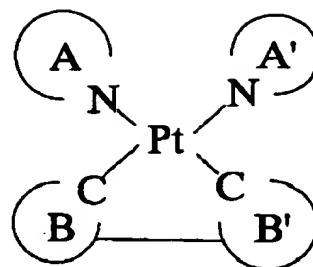
【化8】



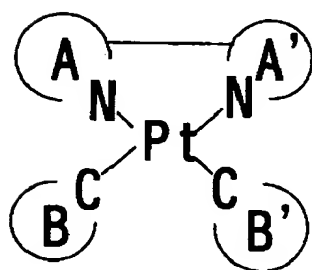
(1-1)



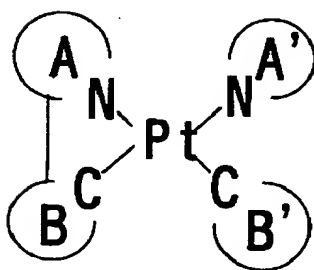
(1-2)



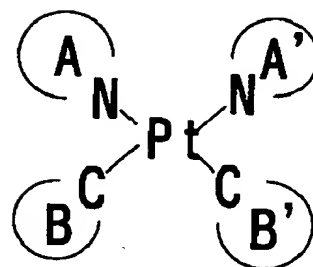
(1-3)



(1-4)



(1-5)



(1-6)

【0032】

{但し、NとCは、Ptに結合した窒素及び炭素原子であり、A、A'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい窒素原子を含む環状基を示し、B、B'はそれぞれ無置換あるいは置換基を有していてもよい炭素原子を含む環状基を示す。[該置換基はハロゲン原子、ニトロ基、トリアルキルシリル基（該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基である。）、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。]}

【0033】

また、前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した窒素原子を含む環状基A、A'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたピリジン、ピリミジン、ピラゾリン、ピロール、ピラゾール、キノリン、イソキノリン、キノキサリンのいずれかであること、前記構造式(1-1)～(1-6)の白金原子に結合した炭素原子を含む環状基B、B'の少なくとも一つが、無置換あるいは置換されたフェニル、ナフチル、チエニル、ベンゾチエニル、キノリルのいずれかであることがより好ましい。

【0034】

本発明に用いた白金錯体は、りん光性発光をするものであり、最低励起状態が、3重項状態のMLCT* (Metal-to-Ligand charge transfer) 性の強い励起状態と考えられる。この状態から基底状態に移するときにはりん光発光が生じる。

【0035】

本発明の発光材料のりん光収率は、0.05から0.9と高い値が得られ、りん光寿命は1～30 μ secと短寿命であった。りん光寿命が短いことは、EL素子にしたときに高発光効率化の条件となる。すなわち、りん光寿命が長いと、発光待ち状態の3重項励起状態の分子が多くなり、特に高電流密度時に発光効率が低下すると言う問題があった。本発明の材料は、高りん光収率を有し、短りん光寿命をもつEL素子の発光材料に適した材料である。尚、りん光収率は、 $F(m)/F(s) = S(m)/S(s) \cdot A(s)/A(m)$ から、 $F(m)$ を求める。 F は発光材料のりん光収率で、 S は発光材料の光励起の発光スペクトル積分強度で、 A は励起する光の波長の吸収スペクトルで、 s はりん光収率既知の材料で、 m は未知の材料を示す。

【0036】

従来のりん光発光素子には白金ポルフィリン錯体を用いられているが、本発明の発光材料は、炭素-白金結合を有するため、白金の重原子効果がN-Pt結合に比べ特に有効に働き、スピン軌道相互作用が強く、りん光発光の高収率・短寿命が同時に実現できる。また、3重項にとどまっている時間が短いため、それに

伴い素子寿命が長く劣化が小さいと考えられる。以下の実施例に示すように、通電耐久試験において、本発明の化合物は、安定性においても優れた性能を有することが明らかとなった。

【 0 0 3 7 】

また、りん光発光材料の場合、発光特性が、その分子環境に強く依存する。蛍光発光素子の場合、発光材料の基本的性質はフォトルミネッセンスで検討されるが、りん光発光の場合は周囲にあるホスト分子の極性の強さ、温度、固体状態かまたは液体状態に依存するので、フォトルミネッセンスの結果が、E L 素子の発光特性を反映しない場合が多い。フォトルミネッセンスの結果から一部の特性を除いてE L 特性を見積もることは一般にできない。

【 0 0 3 8 】

また、分子構造的な特徴として、白金錯体は平面構造を有している。3重項励起子のエネルギー移動（ホストの3重項励起子からゲストへのエネルギー移動）はデクスター過程という隣接分子間の電子交換過程で行われる。これは隣接分子との電子雲の重なるの度合いが重要であり、平面分子形状が効率の良いエネルギー移動に適していると言える。従来の素子では、化5に示すIr (ppy)₃を用いているが、これは、6配位8面体構造を有していて、立体的なため十分なホストからのデクスター過程でのエネルギー転移が効率的に行われないと考えられる。

【 0 0 3 9 】

以上のような観点からも、本発明の白金錯体はE L 素子の発光材料として適している。

【 0 0 4 0 】

本発明の発光素子は、図1に示す様に、金属配位化合物を含む有機化合物層が、対向する2つの電極に挟持され、該電極間に電圧を印加することにより発光する電界発光素子であることが好ましい。

【 0 0 4 1 】

本発明で示した高効率な発光素子は、省エネルギーや高輝度が必要な製品に応用が可能である。応用例としては表示装置・照明装置やプリンターの光源、液晶

表示装置のバックライトなどが考えられる。表示装置としては、省エネルギーや高視認性・軽量なフラットパネルディスプレイが可能となる。また、プリンターの光源としては、現在広く用いられているレーザービームプリンタのレーザー光源部を、本発明の発光素子に置き換えることができる。独立にアドレスできる素子をアレイ上に配置し、感光ドラムに所望の露光を行うことで、画像形成する。本発明の素子を用いることで、装置体積を大幅に減少することができる。照明装置やバックライトに関しては、本発明による省エネルギー効果が期待できる。

【0042】

以下本発明に用いられる金属配位化合物の具体的な構造式を表1から表7に示す。但し、これらは、代表例を例示しただけで、本発明は、これに限定されるものではない。表1～7に使用しているPr～Pz'は化9～化11に示した構造を表している。

【0043】

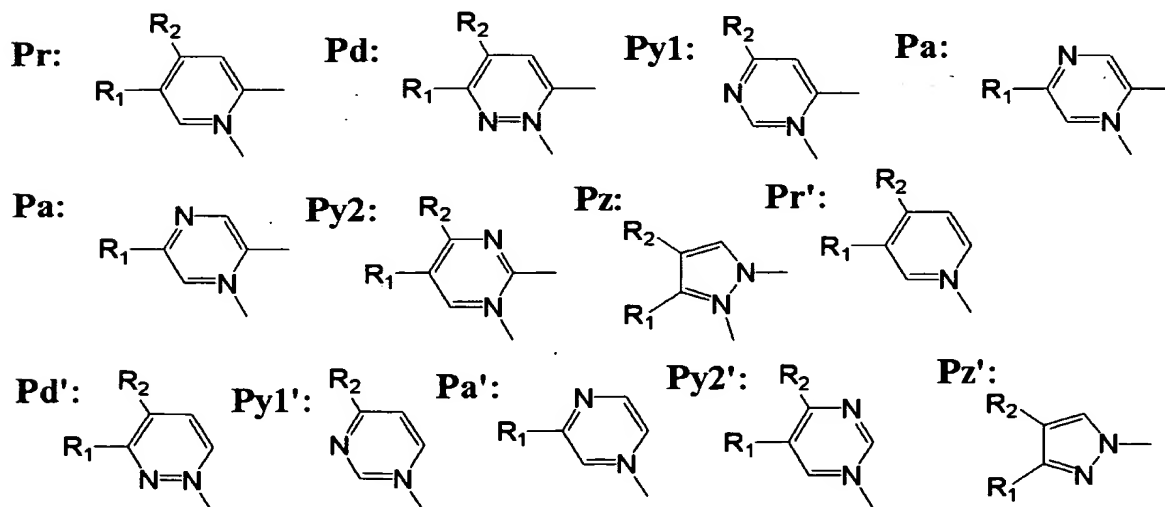
尚、化9において環状基の右下に向いている結合が白金との結合を示し、右横に向いている結合は環状基との結合を示す。

【0044】

また化10及び化11において環状基の右上に向いている結合が白金との結合を示し、上方に向いている結合は環状基との結合を示す。

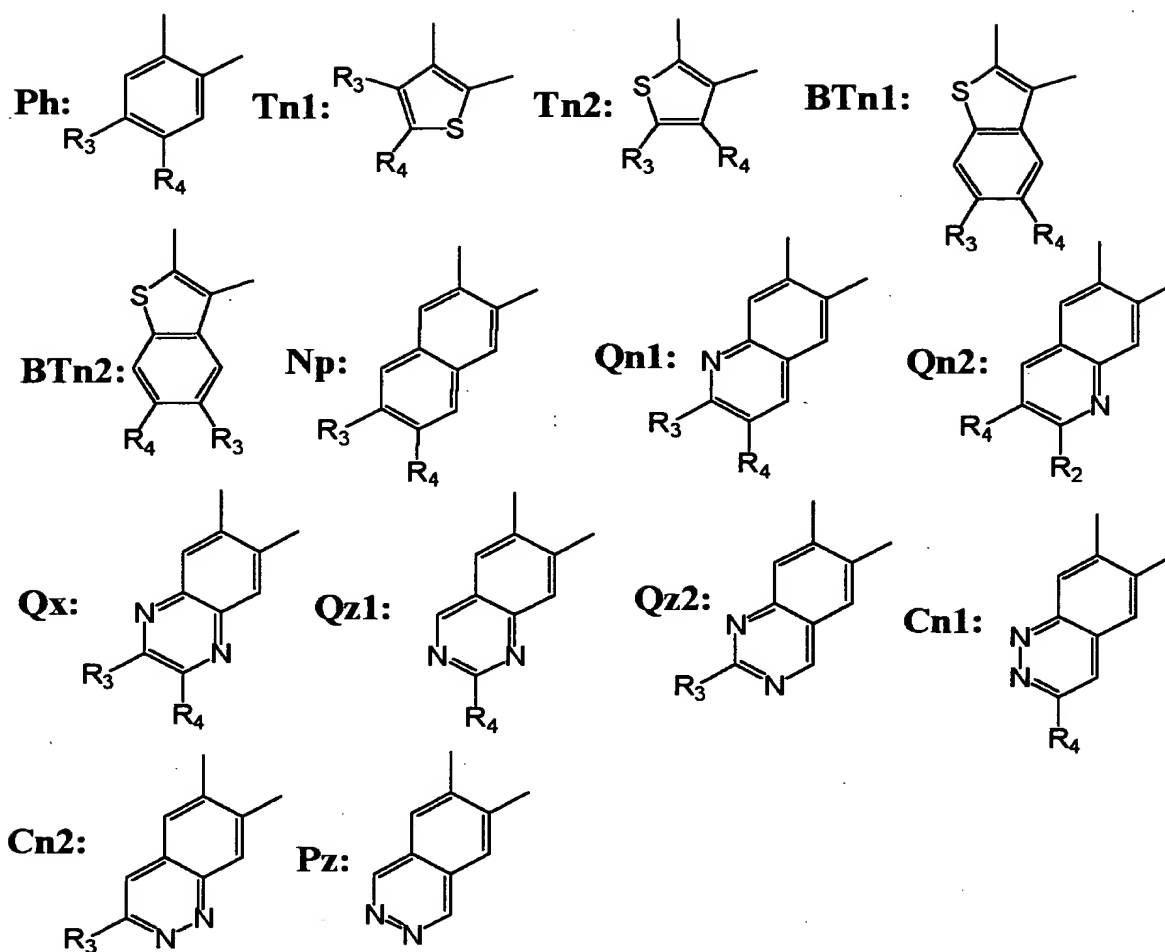
【0045】

【化9】



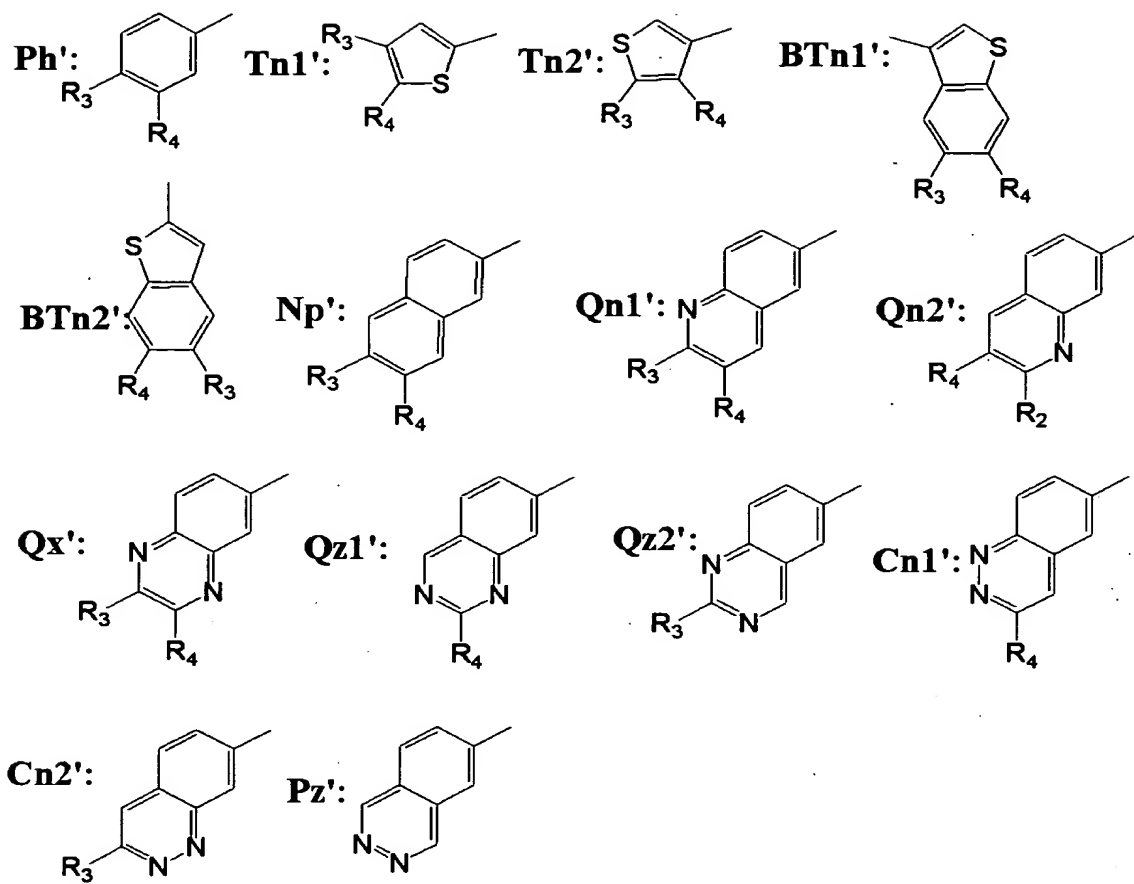
【0046】

【化10】



【0047】

【化 1 1】



【0048】

【表 1】

No	構造式	$\begin{array}{c} \text{A} \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{A}' \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{B}^{\text{C}} \\ \text{C} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{B}' \\ \text{C} \end{array}$	R_1	R_2	R_3	R_4
101	(1-1)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	H
102	(1-1)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	H
103	(1-1)	Pr	Pr	Tn2	Tn2	H	H	H	H
104	(1-1)	Pr	Pr	Tn3	Tn3	H	H	H	H
105	(1-1)	Pr	Pr	BTn1	BTn1	H	H	H	H
106	(1-1)	Pr	Pr	BTn2	BTn2	H	H	H	H
107	(1-1)	Pr	Pr	Np	Np	H	H	H	H
108	(1-1)	Pr	Pr	Qn1	Qn1	H	H	H	H
109	(1-1)	Pr	Pr	Qn2	Qn2	H	H	H	H
110	(1-1)	Pa	Pa	Ph	Ph	H	H	H	H
111	(1-1)	Pa	Pa	Tn1	Tn1	H	H	H	H
112	(1-1)	Pa	Pa	Tn2	Tn2	H	H	H	H
113	(1-1)	Pa	Pa	Tn3	Tn3	H	H	H	H
114	(1-1)	Pa	Pa	BTn1	BTn1	H	H	H	H
115	(1-1)	Pa	Pa	BTn2	BTn2	H	H	H	H
116	(1-1)	Pa	Pa	Np	Np	H	H	H	H
117	(1-1)	Pa	Pa	Qn1	Qn1	H	H	H	H
118	(1-1)	Pa	Pa	Qn2	Qn2	H	H	H	H
119	(1-1)	Ps	Ps	Ph	Ph	H	H	H	H
120	(1-1)	Ps	Ps	Tn1	Tn1	H	H	H	H
121	(1-1)	Ps	Ps	Tn2	Tn2	H	H	H	H
122	(1-1)	Ps	Ps	Tn3	Tn3	H	H	H	H
123	(1-1)	Ps	Ps	BTn1	BTn1	H	H	H	H
124	(1-1)	Ps	Ps	BTn2	BTn2	H	H	H	H
125	(1-1)	Ps	Ps	Np	Np	H	H	H	H

【 0 0 4 9 】

【表 2】

No	構造式	$\begin{pmatrix} A \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} A' \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} B \\ C \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} C \\ B' \end{pmatrix}$	B_1	B_2	B_3	B_4
126	(1-1)	Pz	Pz	Qn1	Qn1	H	H	H	H
127	(1-1)	Pz	Pz	Qn2	Qn2	H	H	H	H
128	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	H
129	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	H
130	(1-2)	Pr	Pr	Tn2	Tn2	H	H	H	H
131	(1-2)	Pr	Pr	BTn1	BTn1	H	H	H	H
132	(1-2)	Pr	Pr	BTn2	BTn2	H	H	H	H
133	(1-2)	Pr	Pr	Np	Np	H	H	H	H
134	(1-2)	Pr	Pr	Qn1	Qn1	H	H	H	H
135	(1-2)	Pr	Pr	Qn2	Qn2	H	H	H	H
136	(1-2)	Pr	Pr	Qx	Qx	H	H	H	H
137	(1-2)	Pr	Pr	Qs1	Qs1	H	H	H	H
138	(1-2)	Pr	Pr	Qs2	Qs2	H	H	H	H
139	(1-2)	Pr	Pr	Cn1	Cn1	H	H	H	H
140	(1-2)	Pr	Pr	Cn2	Cn2	H	H	H	H
141	(1-2)	Pr	Pr	Pz	Pz	H	H	H	H
142	(1-2)	Pd	Pd	Ph	Ph	H	H	H	H
143	(1-2)	Pd	Pd	Tn1	Tn1	H	H	H	H
144	(1-2)	Pd	Pd	Tn2	Tn2	H	H	H	H
145	(1-2)	Pd	Pd	BTn1	BTn1	H	H	H	H
146	(1-2)	Pd	Pd	BTn2	BTn2	H	H	H	H
147	(1-2)	Pd	Pd	Np	Np	H	H	H	H
148	(1-2)	Pd	Pd	Qn1	Qn1	H	H	H	H
149	(1-2)	Pd	Pd	Qn2	Qn2	H	H	H	H
150	(1-2)	Pd	Pd	Qx	Qx	H	H	H	H

【 0 0 5 0 】

【表 3】

No	構造式	$\begin{array}{c} \text{A} \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{A}' \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{B}^{\text{C}} \\ \text{C} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{B}' \\ \text{C} \end{array}$	R_1	R_2	R_3	R_4
151	(1-2)	Pd	Pd	Qs1	Qs1	H	H	H	H
152	(1-2)	Pd	Pd	Qs2	Qs2	H	H	H	H
153	(1-2)	Pd	Pd	Cn1	Cn1	H	H	H	H
154	(1-2)	Pd	Pd	Cn2	Cn2	H	H	H	H
155	(1-2)	Pd	Pd	Ps	Ps	H	H	H	H
156	(1-2)	Py1	Py1	Ph	Ph	H	H	H	H
157	(1-2)	Py1	Py1	Tn1	Tn1	H	H	H	H
158	(1-2)	Py1	Py1	Tn2	Tn2	H	H	H	H
159	(1-2)	Py1	Py1	BTn1	BTn1	H	H	H	H
160	(1-2)	Py1	Py1	BTn2	BTn2	H	H	H	H
161	(1-2)	Py1	Py1	Np	Np	H	H	H	H
162	(1-2)	Py1	Py1	Qn1	Qn1	H	H	H	H
163	(1-2)	Py1	Py1	Qn2	Qn2	H	H	H	H
164	(1-2)	Py1	Py1	Qx	Qx	H	H	H	H
165	(1-2)	Py1	Py1	Qs1	Qs1	H	H	H	H
166	(1-2)	Py1	Py1	Qs2	Qs2	H	H	H	H
167	(1-2)	Py1	Py1	Cn1	Cn1	H	H	H	H
168	(1-2)	Py1	Py1	Cn2	Cn2	H	H	H	H
169	(1-2)	Py1	Py1	Ps	Ps	H	H	H	H
170	(1-2)	Pa	Pa	Ph	Ph	H	H	H	H
171	(1-2)	Pa	Pa	Tn1	Tn1	H	H	H	H
172	(1-2)	Pa	Pa	Tn2	Tn2	H	H	H	H
173	(1-2)	Pa	Pa	BTn1	BTn1	H	H	H	H
174	(1-2)	Pa	Pa	BTn2	BTn2	H	H	H	H
175	(1-2)	Pa	Pa	Np	Np	H	H	H	H

【0051】

【表 4】

No	構造式	$\begin{pmatrix} A \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} A' \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} B \\ C \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} C \\ B' \end{pmatrix}$	R_1	R_2	R_3	R_4
176	(1-2)	Pa	Pa	Qn1	Qn1	H	H	H	H
177	(1-2)	Pa	Pa	Qn2	Qn2	H	H	H	H
178	(1-2)	Pa	Pa	Qx	Qx	H	H	H	H
179	(1-2)	Pa	Pa	Qs1	Qs1	H	H	H	H
180	(1-2)	Pa	Pa	Qs2	Qs2	H	H	H	H
181	(1-2)	Pa	Pa	Cn1	Cn1	H	H	H	H
182	(1-2)	Pa	Pa	Cn2	Cn2	H	H	H	H
183	(1-2)	Pa	Pa	Pz	Pz	H	H	H	H
184	(1-2)	Py2	Py2	Ph	Ph	H	H	H	H
185	(1-2)	Py2	Py2	Tn1	Tn1	H	H	H	H
186	(1-2)	Py2	Py2	Tn2	Tn2	H	H	H	H
187	(1-2)	Py2	Py2	BTn1	BTn1	H	H	H	H
188	(1-2)	Py2	Py2	BTn2	BTn2	H	H	H	H
189	(1-2)	Py2	Py2	Np	Np	H	H	H	H
190	(1-2)	Py2	Py2	Qn1	Qn1	H	H	H	H
191	(1-2)	Py2	Py2	Qn2	Qn2	H	H	H	H
192	(1-2)	Py2	Py2	Qx	Qx	H	H	H	H
193	(1-2)	Py2	Py2	Qs1	Qs1	H	H	H	H
194	(1-2)	Py2	Py2	Qs2	Qs2	H	H	H	H
195	(1-2)	Py2	Py2	Cn1	Cn1	H	H	H	H
196	(1-2)	Py2	Py2	Cn2	Cn2	H	H	H	H
197	(1-2)	Py2	Py2	Pz	Pz	H	H	H	H
198	(1-2)	Pz	Pz	Ph	Ph	H	H	H	H
199	(1-2)	Pz	Pz	Tn1	Tn1	H	H	H	H
200	(1-2)	Pz	Pz	Tn2	Tn2	H	H	H	H

【0052】

【表 5】

No	構造式	$\begin{array}{c} \text{A} \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{A}' \\ \text{N} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{B} \\ \text{C} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \text{B}' \end{array}$	R_1	R_2	R_3	R_4
201	(1-2)	Ps	Ps	BTn1	BTn1	H	H	H	H
202	(1-2)	Ps	Ps	BTn2	BTn2	H	H	H	H
203	(1-2)	Ps	Ps	Np	Np	H	H	H	H
204	(1-2)	Ps	Ps	Qn1	Qn1	H	H	H	H
205	(1-2)	Ps	Ps	Qn2	Qn2	H	H	H	H
206	(1-2)	Ps	Ps	Qx	Qx	H	H	H	H
207	(1-2)	Ps	Ps	Qx1	Qx1	H	H	H	H
208	(1-2)	Ps	Ps	Qx2	Qx2	H	H	H	H
209	(1-2)	Ps	Ps	Cn1	Cn1	H	H	H	H
210	(1-2)	Ps	Ps	Cn2	Cn2	H	H	H	H
211	(1-2)	Ps	Ps	Ps	Ps	H	H	H	H
212	(1-3)	Pr'	Pr'	Ph	Ph	H	H	H	H
213	(1-3)	Pd'	Pd'	Ph	Ph	H	H	H	H
214	(1-3)	Py1'	Py1'	Ph	Ph	H	H	H	H
215	(1-3)	Pa'	Pa'	Tn1	Tn1	H	H	H	H
216	(1-3)	Py2'	Py2'	Tn2	Tn2	H	H	H	H
217	(1-3)	Ps2'	Ps2'	BTn1	BTn1	H	H	H	H
218	(1-4)	Pr	Pr	Ph'	Ph'	H	H	H	H
219	(1-4)	Pd	Pd	Ph'	Ph'	H	H	H	H
220	(1-4)	Py1	Py1	Tn1'	Tn1'	H	H	H	H
221	(1-4)	Pa	Pa	Tn1'	Tn1'	H	H	H	H
222	(1-4)	Py2	Py2	Qx'	Qx'	H	H	H	H
223	(1-4)	Ps2	Ps2	Qx1'	Qx1'	H	H	H	H
224	(1-5)	Pr	Pr'	Ph	Ph'	H	H	H	H
225	(1-5)	Pd	Pr'	Ph	Ph'	H	H	H	H


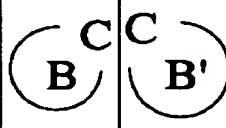
【0053】

【表 6】

No	構造式	$\begin{pmatrix} A \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} A' \\ N \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} B^C \\ C \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} B' \\ C \end{pmatrix}$	B_1	B_2	B_3	B_4
226	(1-5)	Pr	Pr'	Tn1	Ph'	H	H	H	H
227	(1-5)	Pa	Pr'	Ph	Ph'	H	H	H	H
228	(1-5)	Ps	Pr'	Tn1	Ph'	H	H	H	H
229	(1-5)	Ps	Pr'	Tn2	Ph'	H	H	H	H
230	(1-6)	Pr'	Pr'	Ph'	Ph'	H	H	H	H
231	(1-6)	Pa'	Pa'	Ph'	Ph'	H	H	H	H
232	(1-6)	Ps'	Ps'	Ph'	Ph'	H	H	H	H
233	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	OCH ₃	H	H
234	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	CF ₃	H	H	H
235	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	OCF ₃	H	H
236	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	F	H	H
237	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	F	H	H	H
238	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	C ₆ H ₅	H	H
239	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	C ₆ H ₅	H	H	H
240	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	CH ₃
241	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	C ₆ H ₅
242	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	OCH ₃
243	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	F
244	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	NO ₂
245	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	NO ₂	H
246	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	$\begin{matrix} CH_3CH \equiv \\ CHCH_2CH_3 \end{matrix}$
247	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	$CH_3C \equiv CCH_2CH_3$
248	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	CF ₃
249	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	COOC ₂ H ₅
250	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	OCOC ₂ H ₅

【0054】

【表 7】

No	構造式			B ₁	B ₂	B ₃	B ₄		
251	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	CH ₃	H
252	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	F	H
253	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	OCH ₃	H
254	(1-2)	Pr	Pr	Ph	Ph	H	H	H	SCH ₃
255	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	Si(CH ₃) ₃
256	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	CH ₃
257	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	OCH ₃
258	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	F
259	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	CF ₃
260	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	H	H	C ₁₂ H ₅
261	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	F	H	H	H
262	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	CH ₃	H	H
263	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	OCH ₃	H	H
264	(1-2)	Pr	Pr	Tn1	Tn1	H	CF ₃	H	H
265	(1-4)	Pr	Pr	Ph'	Ph'	H	H	OCH ₃	OCH ₃
266	(1-6)	Pr'	Pr'	Ph'	Ph'	H	H	OCH ₃	H
267	(1-6)	Pr'	Pr'	Ph'	Ph'	H	H	OCH ₃	H

【0055】

【実施例】

本発明に用いた素子作成工程の共通部分を説明する。

【0056】

素子構成として、図1(b)に示す有機層が3層の素子を使用した。ガラス基板(透明基板15)上に100nmのITO(透明電極14)をスパッタリング法にて形成した後パターニングして、対向する電極面積が3mm²になるようにした。そのITO基板上に、以下の有機層と電極層を10⁻⁴Paの真空チャンバ

ー内で抵抗加熱による真空蒸着し、連続製膜した。

有機層 1 (ホール輸送層 18) (40 nm) : α -NPD

有機層 2 (発光層 12) (30 nm) : CBP : 白金錯体 (白金錯体重量比 5 重量%)

有機層 3 (電子輸送層 16) (30 nm) : Alq3

金属電極層 1 (15 nm) : AlLi 合金 (Li 含有量 1.8 重量%)

金属電極層 2 (100 nm) : Al

【0057】

ITO 側を陽極に Al 側を陰極にして電界を印加し、電流値をそれぞれの素子で同じになるように電圧を印加して、輝度の時間変化を測定した。一定の電流量は 70 mA/cm^2 とした。その時に得られたそれぞれの素子の輝度の範囲は $0 \sim 210 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0058】

素子劣化の原因として酸素や水が問題なので、その要因を除くため真空チャンバーから取り出し後、乾燥窒素フロー中で上記測定を行った。

【0059】

(実施例 1 ~ 11、比較例 1)

各化合物を用いた素子の通電耐久テストの結果を表 8 に示す。従来の発光材料を用いた素子より明らかに輝度半減時間が大きくなり、本発明の材料の安定性由来した耐久性の高い素子が可能になる。尚、化合物 3, 5 ~ 7, 11 を有する発光素子は赤色発光し、化合物 2, 4 を有する発光素子は橙色発光し、化合物 1 を有する発光素子は緑色発光する。

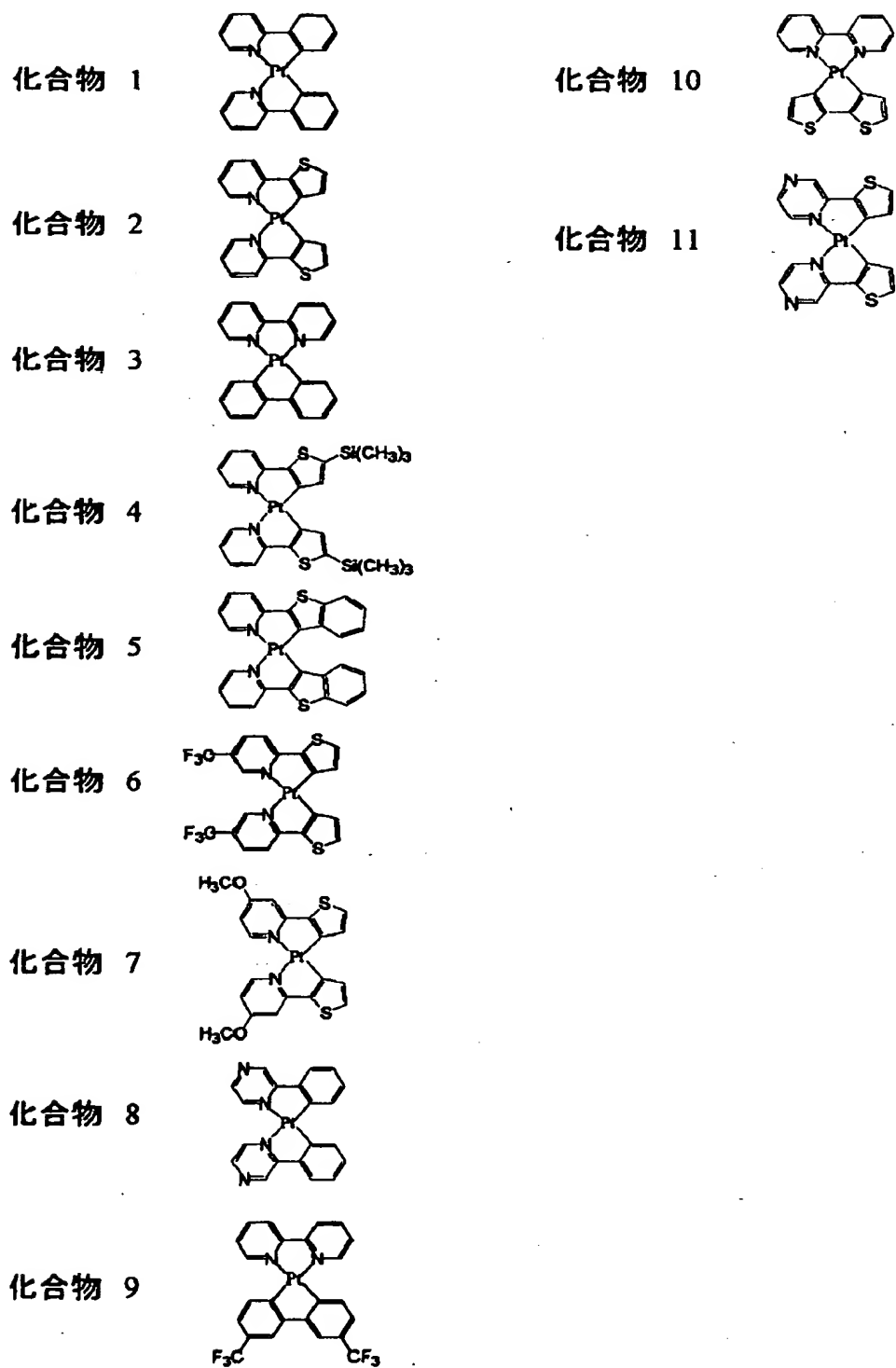
【0060】

【表 8】

実施例・比較例番号	発光材料	輝度半減時間(時間)
実施例 1	化合物 1	500
実施例 2	化合物 2	400
実施例 3	化合物 3	600
実施例 4	化合物 4	650
実施例 5	化合物 5	950
実施例 6	化合物 6	800
実施例 7	化合物 7	850
実施例 8	化合物 8	600
実施例 9	化合物 9	450
実施例 10	化合物 10	900
実施例 11	化合物 11	550
比較例 1	Ir(ppy) ₃	350

【0 0 6 1】

【化 1 2】



【0 0 6 2】

以下、上記化合物 2, 3, 5 の合成プロセスを示す。尚、化合物 9、10 は化

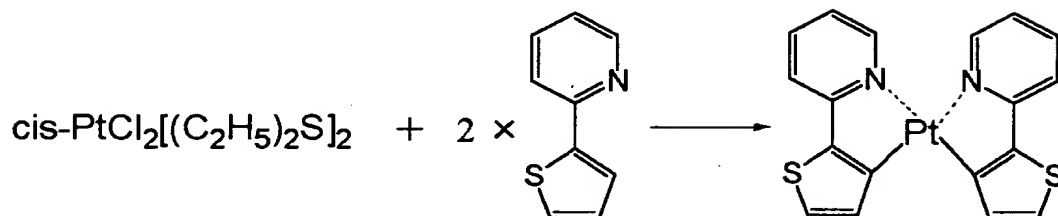
化合物 3 と同様な合成プロセスで合成できる。化合物 1, 4, 6, 7, 8 は化合物 2 と同様の合成プロセスで合成できる。

【0063】

(実施例 12) <化合物 2 の合成>

【0064】

【化 13】



【0065】

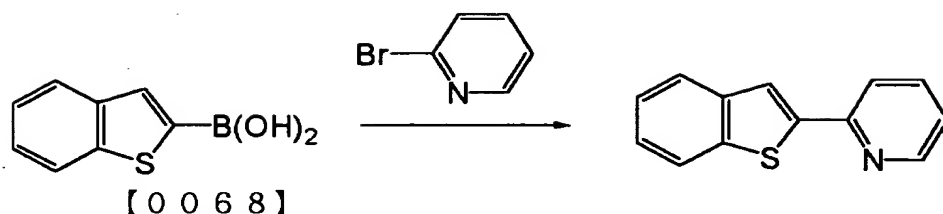
3 L の 3 つ口フラスコにアルゴン気流下、2- (2-チエニル) ピリジン 14.6 g (90.6 mmol) および無水エーテル 912 ml を入れ、 -70°C 以下で攪拌しながら 1.6 M t-ブチルリチウムペンタン溶液 62.2 ml (99.5 mmol) を約 35 分間かけて滴下した。 -70°C で 40 分間攪拌後、同じ温度で cis-PtCl₂[(C₂H₅)₂S]₂ 8.5 g (19.0 mmol) を無水エーテル 289 ml と無水テトラヒドロフラン 73 ml の混合溶媒に懸濁させた液を約 1 時間かけて滴下した。滴下終了後 -70°C で 30 分間攪拌後、約 2 時間で 0°C まで徐々に昇温した。次に 0°C で水 912 ml をゆっくり滴下した。反応物を分液して有機層を食塩水で洗浄し、水層は塩化メチレンで抽出した。合わせた有機層を硫酸マグネシウムで乾燥して溶媒を減圧乾固した。残渣をヘキサン-塩化メチレン混合溶媒で再結晶して cis-ビス [2- (2-チエニル) ピリジナト-N, C^{5'}] 白金 (II) 4.50 g (収率 45.8%) を得た。

【0066】

(実施例 13) <化合物 5 の合成>

【0067】

【化14】



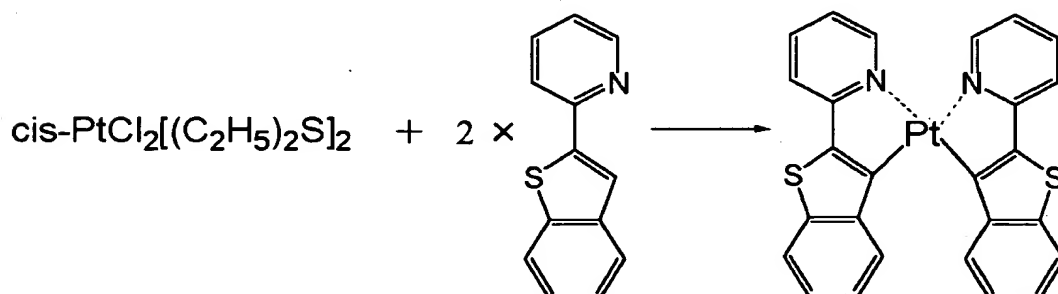
1 Lの3つ口フラスコに2-ブロモピリジン26.6 g (168.5 mmol), ベンゾ[b]チオフェン-2-ボロン酸30.0 g (168.5 mmol), トルエン170 ml, エタノール85 mlおよび2M-炭酸ナトリウム水溶液170 mlを入れ、窒素気流下室温で攪拌しながらテトラキス-(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)6.18 g (5.35 mmol)を加えた。その後、窒素気流下で5時間30分還流攪拌した。反応終了後、反応物を冷却して冷水およびトルエンを加えて抽出した。有機層を中性になるまで水洗し、溶媒を減圧乾固した。残渣をシリカゲルカラムクロマト(溶離液:トルエン/ヘキサン:5/1)で精製し、得られた無色結晶をアルミナカラムクロマト(溶離液:トルエン)で精製し、エタノールで再結晶して2-(ピリジン-2-イル)ベンゾ[b]チオフェン12.6 g (収率35.4%)を得た。

【0069】

上記配位子を白金に配位させる合成法を以下に示す。

【0070】

【化15】



【0071】

2 Lの3つ口フラスコにアルゴン気流下、2-(ベンゾ[b]チオフェン-2-イル)ピリジン6.73 g (31.9 mmol)および無水エーテル636

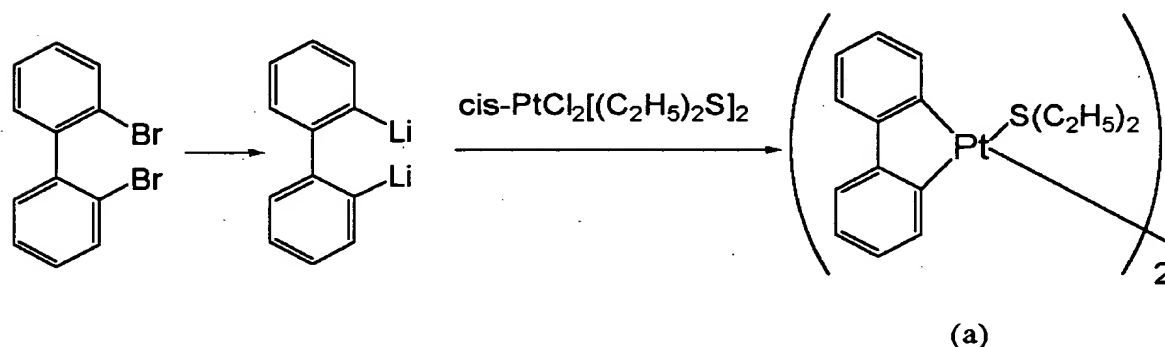
ml を入れ、 -70°C 以下で攪拌しながら 1.6M t-ブチルリチウムペンタン溶液 21.9 ml (35.0 mmole) を約 20 分間かけて滴下した。 -70°C で 50 分間攪拌後、同じ温度で $\text{cis-PtCl}_2[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{S}]_2$ 2.97 g (6.68 mmole) を無水エーテル 101 ml と無水テトラヒドロフラン 25 ml の混合溶媒に懸濁させた液を約 30 分間かけて滴下した。滴下終了後 -70°C で 1 時間攪拌後、約 2 時間で 0°C まで徐々に昇温した。次に 0°C で水 318 ml をゆっくり滴下した。反応物を分液して有機層を食塩水で洗浄し、水層は塩化メチレンで抽出した。合わせた有機層を硫酸マグネシウムで乾燥して溶媒を減圧乾固した。残渣をヘキサン-塩化メチレン混合溶媒で再結晶して cis -ビス[2-(ベンゾ[b]チオフェン-2-イル)ピリジナト-N, C^{5'}]白金(II) 3.10 g (収率 75.4%) を得た。

【0072】

(実施例 14) <化合物 3 の合成>

【0073】

【化 16】



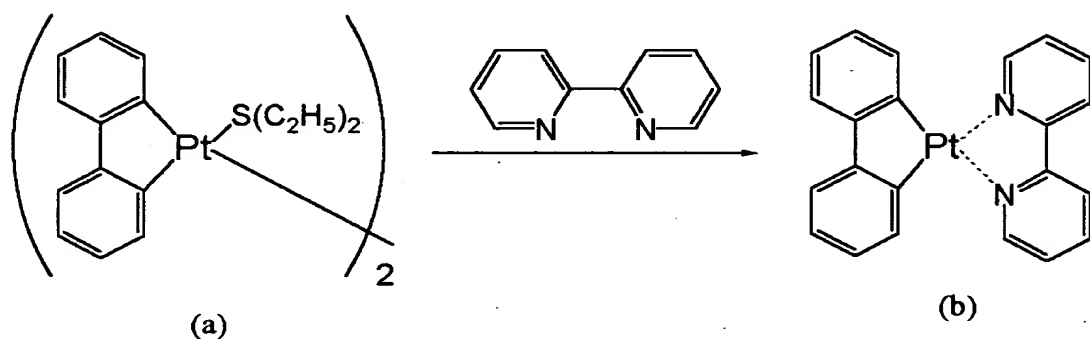
【0074】

2 L の 3 つ口フラスコにアルゴン気流下、2, 2'-ジブロモビフェニル 35.0 g (112 mmole) および無水エーテル 650 ml を入れ、 -60°C 以下で攪拌しながら 1.6M n-ブチルリチウムヘキサン溶液 153 ml (0.245 mmole) を約 50 分間かけて滴下した。昇温して室温で 3 時間した。この液を -10°C 以下に冷却した $\text{cis-PtCl}_2[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{S}]_2$ 25.0 g (56.0 mmole) / 無水エーテル 833 ml 中へ約 10 分間かけて滴下した。滴下終了後 -10°C で 1 時間攪拌後、 0°C まで徐々に昇温した。 0°C で 1

時間攪拌後、水 417 ml をゆっくり滴下した。反応物を分液して有機層を食塩水で洗浄し、水層は塩化メチレンで抽出した。合わせた有機層を硫酸マグネシウムで乾燥して溶媒を減圧乾固した。残渣をヘキサン-エーテルおよびヘキサン-塩化メチレン混合溶媒で順次再結晶して (a) 1.77 g (収率 7.2%) を得た。

【0075】

【化 17】



【0076】

100 ml の 3 つ口フラスコにアルゴン気流下、2,2'-ジピリジル 21.3 g (136 mmol) を入れ、80℃で溶融した後に (a) 1.73 g (1.98 mmol) を添加した。減圧下 80℃で約 10 分間攪拌後、10℃付近に冷却して反応物を結晶化させた。この反応物を塩化メチレンに溶かしてヘキサンを加えて再沈させた。この結晶を濾取し、さらにヘキサン-塩化メチレン混合溶媒で再結晶して (b) 1.90 g (収率 95.4%) を得た。

【0077】

【発明の効果】

以上説明のように、本発明で用いる金属配位化合物は、高りん光発光収率を有し、短りん光寿命をもち、EL素子の発光材料として適している。

【0078】

その結果、該金属配位化合物を含む有機化合物層を有する本発明の発光素子は、高効率発光のみならず、長い期間高輝度を保ち、通電劣化が小さい、優れた素子である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の発光素子の層構成を示す模式図である。

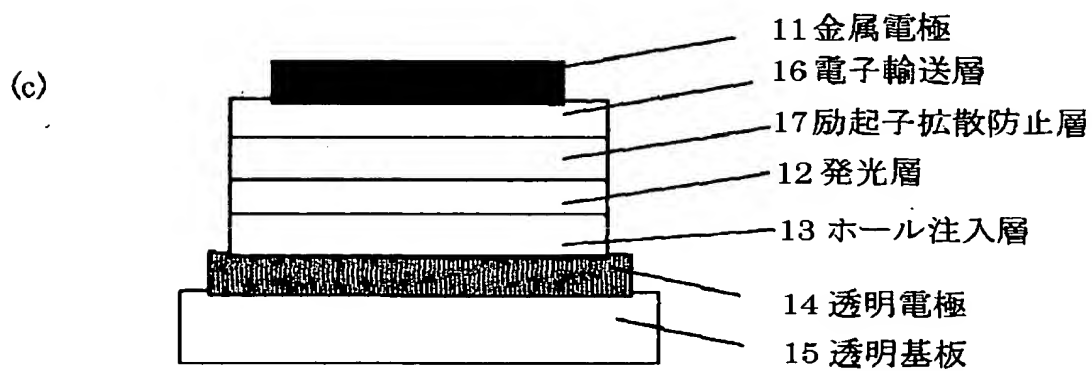
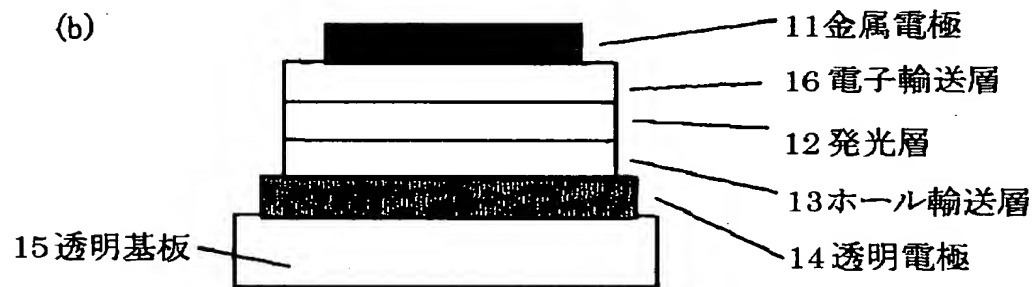
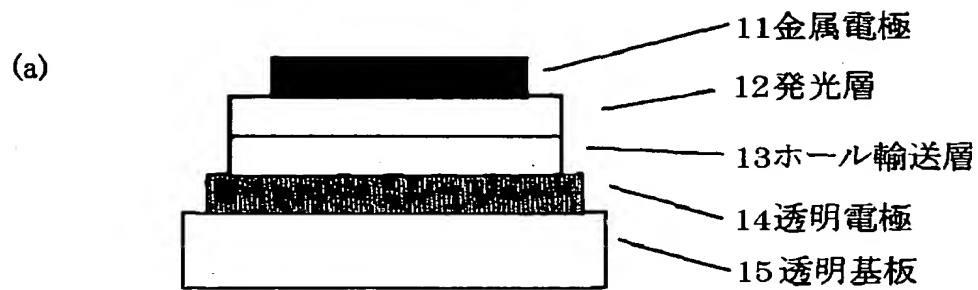
【符号の説明】

- 1 1 金属電極
- 1 2 発光層
- 1 3 ホール輸送層
- 1 4 透明電極
- 1 5 透明基板
- 1 6 電子輸送層
- 1 7 励起子拡散防止層

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高効率発光で、長い期間高輝度を保ち、通電劣化が小さい発光素子を提供する。

【解決手段】 下記一般式（１）で示される部分構造を有する金属配位化合物を含む有機化合物層を有することを特徴とする発光素子。

【化１】



【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2001-284601
受付番号	50101378271
書類名	特許願
担当官	第四担当上席 0093
作成日	平成 13 年 9 月 25 日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000001007
【住所又は居所】	東京都大田区下丸子3丁目30番2号
【氏名又は名称】	キャノン株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100096828
【住所又は居所】	東京都千代田区有楽町1丁目4番1号 三信ビル 229号室
【氏名又は名称】	渡辺 敬介

【選任した代理人】

【識別番号】	100059410
【住所又は居所】	東京都千代田区有楽町1丁目4番1号 三信ビル 229号室
【氏名又は名称】	豊田 善雄

【選任した代理人】

【識別番号】	100110870
【住所又は居所】	東京都千代田区有楽町1丁目4番1号 三信ビル 229号室
【氏名又は名称】	山口 芳広

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001007]

1. 変更年月日 1990年 8月30日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
氏 名 キヤノン株式会社